

- AN - 1999-581775 [50]
 XA - C1999-169431
 TI - Method for metering liquid polynitro-aromatic compounds into hydrogenation reactors
 DC - E14 E37 J04
 PA - (FARB) BAYER AG
 IN - FENGLER G; LANGER R
 NP - 1
 NC - 1
 PN - **DE19844901** C1 19991104 DW1999-50 C07C-209/36 4p *
 AP: 1998DE-1044901 19980930
 PR - 1998DE-1044901 19980930
 IC - C07C-209/36 B01J-004/02 C07C-211/51
 AB - **DE19844901** C
 NOVELTY - A method for metering liquid polynitro-aromatics into hydrogenation reactors comprises pumping the nitroaromatic round one or more pipelines in the form of closed loops passing entirely or partly through the reactor and provided with outlets inside the reactor.
 USE - In the hydrogenation of nitro-aromatics with more than one nitro group, especially dinitrotoluenes to toluylenediamines. Particularly useful for liquid-phase hydrogenation.
 ADVANTAGE - A safe and reliable method for metering (cooled) polynitro-aromatics into hydrogenation reactors without deactivation of catalyst, formation of byproducts, excessive temperature buildup or regions in which large amounts of nitro compound remain for long periods at high temperature with the possibility of dangerous decomposition. The method is also particularly well adapted for detecting incipient blockages by measurements of pressure differences in the lines or between the lines and the inside of the reactor.
 DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The figure shows a diagram of the metering system.
 reactor wall; 1
 gas-feed stirrer; 2
 metering pump; 3
 circulation pump; 4
 heat exchanger for cooling nitro compounds; 5
 loop line with openings inside the reactor 6(Dwg.1/1)
 MC - CPI: E10-B01A3 E35-C E35-U05 J04-B01 N02-A01 N03-F
 UP - 1999-50



⑬ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Patentschrift**
⑩ **DE 198 44 901 C 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
C 07 C 209/36
C 07 C 211/51
B 01 J 4/02

②① Aktenzeichen: 198 44 901.1-44
②② Anmeldetag: 30. 9. 98
④③ Offenlegungstag: -
④⑤ Veröffentlichungstag
der Patenterteilung: 4. 11. 99

DE 198 44 901 C 1

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

⑦③ Patentinhaber:
Bayer AG, 51373 Leverkusen, DE

⑦② Erfinder:
Langer, Reinhard, Dr., 47800 Krefeld, DE; Fengler,
Gerd, Dr., 47802 Krefeld, DE

⑤⑤ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht
gezogene Druckschriften:

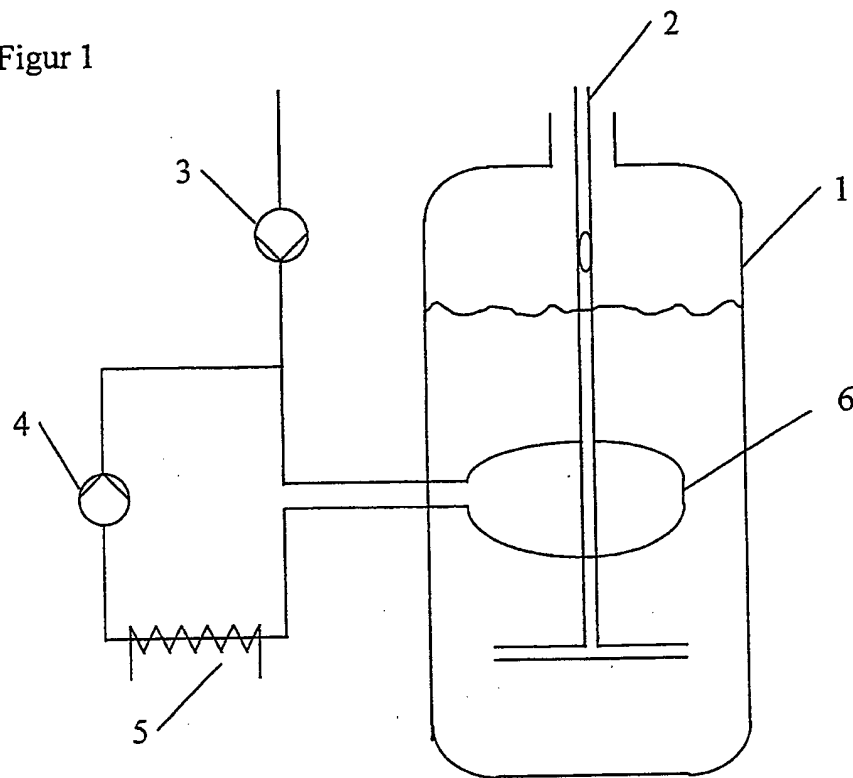
EP 02 63 935 A2
WO 96 11 052 A1

⑤④ Verfahren zur Dosierung von flüssigen Nitroaromaten mit mehr als einer Nitrogruppe in Reaktoren zur
Sumpfphasen-Hydrierung

⑤⑦ Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur si-
cheren und schonenden Dosierung von flüssigen Nitroa-
romaten mit mehr als einer Nitrogruppe, speziell von Di-
nitrotoluolen in Reaktoren zur Sumpfphasen-Hydrierung.
Das Verfahren besteht im wesentlichen darin, daß man
den zu dosierenden Nitroaromaten in einer oder mehre-
ren Leitungen im Kreis pumpt, diese Leitungen ganz oder
teilweise im Hydrierreaktor verlaufen und im Reaktorin-
neren mit Austrittsöffnungen zum Reaktorinneren verse-
hen sind.

DE 198 44 901 C 1

Figur 1



druckmessung an einer Kreislaufpumpe eine beginnende Verstopfung des bevorzugt gekühlten Umpumpkreislaufes an, während eine Differenzdruckmessung zwischen Zufuhrleitung und Reaktorinnenraum eine beginnende Verstopfung der Austrittsöffnungen anzeigt.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich durch eine große Betriebssicherheit aus, da der Nitroaromat im Inneren des heißen Reaktors gekühlt zugespeist werden kann und erst im Reaktor auf die Reaktionstemperatur erwärmt wird.

Fig. 1 zeigt ein Beispiel für das in dem erfindungsgemäßen Verfahren eingesetzte Dosiersystem am Beispiel eines Rührkessels. In Fig. 1 bezeichnet 1 die Reaktorwand, 2 einen Begasungsrührer, 3 die Dosierpumpe, 4 die Kreislaufpumpe, 5 den Wärmetauscher zur Kühlung des Nitroaromaten und 6 die im Inneren des Reaktors mit Austrittsöffnungen versehene Ringleitung.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Dosierung von flüssigen Nitroaromaten mit mehr als einer Nitrogruppe, in Reaktoren zur Hydrierung, **dadurch gekennzeichnet**, daß a) der zu dosierende Nitroaromat in einer oder mehreren Ringleitungen im Kreis gepumpt wird, b) diese Ringleitungen ganz oder teilweise im Hydrierreaktor verlaufen, c) die Ringleitungen im Reaktorinneren mit Austrittsöffnungen zum Reaktorinneren versehen sind.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Kreisstromleitungen zwischen 2 und 200.000, bevorzugt zwischen 4 und 40.000, besonders bevorzugt zwischen 8 und 8000, ganz besonders bevorzugt zwischen 16 und 1600, speziell zwischen 32 und 320 Austrittsöffnungen besitzen.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Inhalt der Kreisstromleitung durch einen Wärmetauscher gepumpt wird, der die Temperatur des im Kreis gepumpten Eduktes zwischen 10 und 120°C, bevorzugt zwischen 30 und 100°C, besonders bevorzugt zwischen 50 und 80°C hält.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß Dinitrotoluole zu Toluyldiaminen hydriert werden.

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen